

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 61-131229

(43)Date of publication of application : 18.06.1986

(51)Int.Cl.

G11B 5/704
C03C 17/02
G11B 5/82
G11B 5/84
// C03C 3/064
C03C 3/091
C03C 10/04
C03C 11/00
C03C 14/00

(21)Application number : 59-253726

(71)Applicant : SUMITOMO SPECIAL METALS CO LTD
NIPPON KOUATSU ELECTRIC CO

(22)Date of filing : 29.11.1984

(72)Inventor : WADA TOSHIKI
NAKAOKA JUNICHI
FUJITA TOSHIO
YAMAGUCHI TERUMITSU

(54) SUBSTRATE FOR MAGNETIC DISK AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the titled substrate for a magnetic disk having excellent strength, corrosion resistance, etc. by providing a glass coating film having a surface layer with no pores and strains and wherein the difference in thermal expansion coefficient from the substrate is regulated to a value not exceeding a specified value on the surface of a glass ceramic substrate having fine pores in specified diameter and contg. B₂O₃ in the specified ratio. CONSTITUTION: A glass ceramic substrate contg., by weight, 20W60% Al₂O₃, 20W70% SiO₂, 1W5% Na₂O.k₂O, and 3W15% B₂O₃ enabling the calcination at low temps., having pores in $\geq 0.5\mu$ size, and having $\geq 94\%$ relative theoretical density is prepared. A glass coating film having a surface with no pores and strains, wherein the difference of the thermal expansion coefficient from the substrate is regulated to $1 \times 10^{-6}/\text{deg}$ and the thickness of 0.5W200 μ , and having $\leq 80 \text{ \AA}$; surface roughness is provided on the substrate. More than one kind among SiO, MgO, CeO₂, or Al₂O₃ fine powder having $\leq 0.1\mu$ particle diameter is suspended in 0.1W20wt% pure water, a coating film is formed in the liq., and the film is polished with a 0.05W2kg/cm² relative lap load to obtain the desired surface with no pores and strains. An excellent substrate capable of being calcined at $\leq 1,000^\circ \text{C}$ is thus obtained.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

this page blank (uspio,

(11) Japanese Unexamined Patent Application Publication No.
61-131229

Restrictive Conditions of the Invention

In the present invention, glass ceramic compositions mainly composed of Al_2O_3 , SiO_2 , $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{K}_2\text{O}$, and B_2O_3 , which serves as a binding material, are suitable for the glass ceramic material. The glass ceramic compositions also contain a pigment, an oxide of Group VIII element, or various fibers for reinforcement, according to need. The glass ceramic composition is formed by die-molding, extrusion molding, injection molding, sheet forming, or the like, and is then subjected to low-temperature sintering at $1,000^\circ\text{C}$ or lower, thus preparing the glass ceramic material in the present invention.

The reason that the content of B_2O_3 in the glass ceramic composition is specified from 3 to 15 percent by weight is as follows. When the content of B_2O_3 is less than 3 percent by weight, it is difficult to sinter at a low temperature of $1,000^\circ\text{C}$ or lower. When the content of B_2O_3 exceeds 15 percent by weight, undesirably, the thermal expansion coefficient during sintering increases.

In the case where the size of micropores of this glass ceramic material exceeds $5\text{ }\mu\text{m}$, when a glass coating film is formed on the surface of this material, air bubbles are

This Page Blank (uspto)

generated in the micropore parts, resulting in a degradation of the accuracy of the film. Therefore, the size of the micropores is preferably 5 μm or less, and more preferably 3 μm or less.

The reason that the relative theoretical density of the glass ceramic material is specified to 94% or more is that when the relative theoretical density is less than 94%, the above-described size of the micropores easily becomes 5 μm or more.

Examples of the glass used for the glass coating film include silicate glass such as soda-lime glass ($\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{SiO}_2$), lead glass ($\text{PbO}-\text{SiO}_2$), barium glass ($\text{BaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$), borosilicate glass ($\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$), alumina-silica glass ($\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$), and lithia-alumina-silica glass ($\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$); borate glass such as lead-borate glass ($\text{PbO}-\text{B}_2\text{O}_3$) and alumina-borate glass ($\text{Al}_2\text{O}_3-\text{B}_2\text{O}_3$); and alumina phosphate glass ($\text{Al}_2\text{O}_3-\text{P}_2\text{O}_3$).

When the difference between the thermal expansion coefficient (20°C to the strain point) of the glass coating film and that of the substrate is increased, the mutual stress is increased, resulting in problems such as a warpage and a breaking. Therefore, it is necessary that the relative difference between the thermal expansion coefficient of the glass coating film and that of the substrate is $1 \times 10^{-6}/\text{deg}$ or less. Furthermore, since a

This Page Blank (uspto)

compressive stress is preferably applied to the surface of the glass coating film, preferably, the thermal expansion coefficient of the coating film material is smaller than the thermal expansion coefficient of the substrate material.

From the standpoint that the insulation performance between the substrate and a magnetic thin-film provided on the glass coating film is ensured and that a satisfactory polishing accuracy is achieved, 0.3 μm or more of the thickness of the glass coating film is required. However, when the thickness exceeds 200 μm , a stress generated by the difference between the thermal expansion coefficient of the substrate and that of the glass coating film may cause a large distortion in the substrate. Therefore, the thickness of the glass coating film is controlled to 0.3 to 200 μm .

The surface roughness of the glass coating film is 80 \AA or less. This range of the surface roughness is required in order to prevent defects from generating on the magnetic thin-film formed on the glass coating film. The surface roughness is preferably 50 \AA or less and most preferably 20 \AA or less.

The reason that the glass coating film has a thickness of 0.5 to 220 μm before polishing is as follows. In this thickness range, the glass coating film having a uniform thickness can be formed by a method such as glazing, sputtering, vapor deposition, ion plating, a chemical

This Page Blank (uspto,

synthetic method using a metal alkoxide solution or the like and the surface of the resulting film can then be polished. Furthermore, the generation of a warpage in the substrate caused by the difference in the thermal expansion coefficients can be prevented in the above range.

Regarding the conditions for polishing the glass coating film, the polishing is performed with a relative lapping load of 0.05 to 2 kg/cm² using a slurry prepared by suspending 0.1 to 20 percent by weight of at least one type of fine particles selected from SiO₂, MgO, CeO₂, and Al₂O₃ particles each having a particle size of 0.1 μm or less in purified water. When the particle size exceeds 0.1 μm, scratches are undesirably generated on the surface of the coating film, resulting in a degradation of the surface roughness. When the content of the fine particles in the slurry is less than 0.1 percent by weight, a satisfactory polishing effect cannot be achieved. When the content of the fine particles in the slurry exceeds 20 percent by weight, heat of hydration by the fine particles is easily generated or gelation easily occurs, and the activity increases, resulting in a degradation of the polished surface state. For these reasons, the conditions are specified in the above range.

The purified water is preferably water that does not contain organic pollutants or suspended matters. Ion-

This Page Blank (uspto)

exchange water or distilled water is preferred. A soft metal such as Sn, a solder alloy, or Pb; a hard cloth; or the like is suitable for the lapping disc. When the lapping load is less than 0.05 kg/cm^2 , a desired surface roughness cannot be obtained and the process efficiency is low. On the other hand, a lapping load exceeding 2 kg/cm^2 is preferred in view of the process efficiency, but such a load degrades the polishing accuracy. Therefore, the relative lapping load is controlled to 0.05 to 2 kg/cm^2 .

This Page Blank (uspto)

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-131229

⑤ Int. Cl.⁴

G 11 B 5/704
C 03 C 17/02
G 11 B 5/82

識別記号

庁内整理番号

7350-5D
8017-4G
7314-5D

④ 公開 昭和61年(1986)6月18日

*審査請求 未請求 発明の数 2 (全8頁)

⑬ 発明の名称 磁気ディスク用基板とその製造方法

⑭ 特 願 昭59-253726

⑮ 出 願 昭59(1984)11月29日

⑯ 発 明 者 和 田 俊 朗 大阪府三島郡島本町江川二丁目15-17 住友特殊金属株式会社山崎製作所内

⑰ 発 明 者 中 岡 潤 一 大阪府三島郡島本町江川二丁目15-17 住友特殊金属株式会社山崎製作所内

⑱ 発 明 者 藤 田 寿 男 大府市長草町深廻間35 日本高压電気株式会社技術研究所内

⑲ 出 願 人 住友特殊金属株式会社 大阪市東区北浜5丁目22番地

⑳ 出 願 人 日本高压電気株式会社 名古屋市南区浜中町1丁目5番地

㉑ 代 理 人 弁理士 押田 良久
最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

磁気ディスク用基板とその製造方法

2. 特許請求の範囲

1 5 μ m以下の微細孔を有し、相対理論密度が94%以上で、B₂O₃ 3wt%~15wt%を含有するガラスセラミック材料からなる基板表面に、該基板との熱膨張係数差が 1×10^{-8} /deg以下で、表面粗度が80Å以下でかつ無孔無歪表面を有する0.3 μ m~200 μ m膜厚みのガラスコーティング膜を設けたことを特徴とする磁気ディスク用基板。

2 5 μ m以下の微細孔を有し、相対理論密度が94%以上で、B₂O₃ 3wt%~15wt%を含有するガラスセラミック材料からなる基板表面に、該基板との熱膨張係数差が 1×10^{-8} /deg以下の0.5 μ m~220 μ m膜厚みのガラスコーティング膜を形成した後、該コーティング膜を、粒径0.1 μ m以下のSiO₂、H₂O、CaO₂またはAl₂O₃微粉のうち少なくとも1種を、0.1wt%~20wt%純水中に懸濁した懸濁液で、0.05 kg/cm²~2 kg/cm²の相対的ラップ

荷重で研摩加工し、表面粗度が80Å以下でかつ無孔無歪表面を有する0.3 μ m~200 μ m膜厚みのガラスコーティング膜を設けたことを特徴とする磁気ディスク用基板の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

利用産業分野

この発明は、低温焼成セラミックス材料からなる磁気ディスク用基板に係り、無孔・無歪表面膜からなり、すぐれた表面粗度を有する磁気ディスク用基板並びに低温焼成及び無孔化・無歪化処理により、すぐれた表面粗度を有する磁気ディスクを得る製造方法に関する。

背景技術

一般に、磁気ディスク用基板としては、次のような特性が要求される。

(1) 0.3 μ m以下の低い磁気ヘッド浮上高さに伴ない磁気ヘッドの安定な浮上と記録特性の安定性を得るため、研摩後の基板表面粗度がすぐれていること、

(2) 基板表面に形成される磁性薄膜の欠陥の要因と

なる突起や孔状のへこみがないこと、

(3)機械加工、研磨あるいは使用時の高速・回転に十分耐える機械的強度を有すること、

(4)耐食性、耐候性、及び耐熱性にすぐれること。

従来、磁気ディスク用基板には、アルミニウム合金が使用されているが、アルミニウム合金基板では、材料の結晶異方性、材料欠陥及び材料中に存在する非金属介在物等のため、機械加工や研磨加工において、非金属介在物が基板表面に突起として残存したり、あるいは脱落して凹みを生じ、十分研磨を施しても霜々 200Å 程度の表面粗度しか得られず、突起や凹み、うねりのある表面状態では、高密度磁気記録用磁気ディスク用基板材としては十分でない。

すなわち、磁気ディスク基板表面の加工の良否が、そのまま、磁気ディスクのランアウト、加速度成分、媒体の信号エラー等に影響するのである。

ところで、アルミニウム合金の基板の場合、金属材料のため、ピッカース硬度も 100kg/mm²程度（セラミックの場合 600kg/mm²以上）であり、曲げ

強度も 1000kg/mm²（セラミックの場合 4000kg/mm²以上）であって、高密度磁気記録となるに従って、スクラッチ、疵、平坦度、うねりなどの形状精度も厳しくなるため、加工は一層困難となっている。

また、アルミニウム合金基板の場合、砥粒加工の際に、砥粒が表面凹みに埋め込まれやすく、欠陥となり、さらに、表面の耐食性、耐候性を高めて汚染を防ぐ上で、旋削工程、ポリッシング工程、保管の際、清浄度、防錆、汚れ等には十分な配慮が必要となる。

アルミニウム合金基板の改善のため、その表面に高硬度の膜を形成する方法が提案されており、例えば、アルミニウム合金基板表面にアルマイト層を形成して硬度を増加させ、研磨加工性を向上させる方法が取られるが、アルマイト形成中にアルミニウム合金中の微量不純物（Fe, Mn, Si）が金属間化合物として析出するため、アルマイト処理後、上記化合物部分が凹みの発生要因となっている。

また、アルミニウム合金用材の高純度化を計る

- 3 -

ことは、製造工程上至難に近く、さらに、耐食性、清浄度の面でも取り扱いが問題となる。

また、アルミニウム合金表面へのスパッタリングやメッキによって薄膜磁性媒体を形成する場合、該合金と磁性膜との化学反応や拡散の問題を生じ、更に、磁性膜被着時の熱処理により、基板の変形と共に基板回転時の面歪れ、加速度が増加する問題がある。

一方、アルミニウム合金基板上に、 SiO_2 、 Al_2O_3 等の酸化物をスパッタリングによって形成する方法も提案されているが、該合金基板とスパッタ形成後の被膜との密着性が弱いという欠点があった。

今日、アルミナ系セラミック材料が、アルミニウム合金材料に比べて、耐熱性、耐摩耗性、耐候性、絶縁性、及び機械的強度のすぐれているため、各種分野の広範囲な用途に利用されているが、磁気ディスク用基板としては、基板表面に薄膜磁性媒体を形成する必要並びに、媒体の薄膜化、高密度化に伴ない、アルミナ系セラミック基板表面の

- 4 -

無孔化・無歪化を計ることが切望されている。

一般に、セラミック基板の製造方法として、単結晶法、金型成形、ラバープレス、ドクターブレード法等により成形後に焼結する方法、さらに高密度化のため、ホットプレス法、熱間静水圧プレス法が知られているが、前者の単結晶法では製造コストが高い上に、大径基板の製造が困難であり、また、後者のホットプレスや熱間静水圧プレスにより高密度化された基板であっても、5μm以下の微細孔が基板に存在するため、磁気ディスク用基板に要することは、表面微細欠陥によるドロップアウトの発生、ヘッドクラッシュ等の信頼性を損う等の問題があった。

また、一般に、磁気ディスク基板等に適用し得る表面研磨法として、メカノケミカル研磨法は、シリコン基板、GGG結晶、フェライト等の表面物性を劣化させることなく精密表面に仕上げる方法として公知であるが、微細孔の存在するセラミックス材料にこのメカノケミカル研磨法を適用する場合は、微細孔がセラミックス表面に露出した

- 5 -

- 146 -

- 6 -

状態となり、薄膜媒体を被着する該基板材としては不十分であり、また、アルミナ系セラミック材にメカノケミカル研磨法を適用すると、各材質あるいは結晶面での化学浸蝕速度が異なるため、微細孔の露出と同時に結晶段差を生ずる問題があった。

発明の目的

この発明は、上述の問題点に鑑み、セラミックス材料からなる磁気ディスク用基板の欠点を解決し、すぐれた表面粗度を有し、かつ無孔で無歪みの表面を有するセラミックス系磁気ディスク用基板を目的とし、さらに、かかる無孔・無歪表面のセラミックス系磁気ディスク用基板を容易にかつ安価に得ることができる磁気ディスク用基板の製造方法を目的としている。

発明の構成

この発明は、磁気ディスク用基板として、要求される無孔・無歪ですぐれた表面粗度を有するセラミックス系該基板を目的に種々検討した結果、1000℃以下の低温焼成が可能で微細孔が少ないガ

ラスセラミック材料表面に、ガラスコーティングし、被着後に特定の条件のメカノケミカル研磨を施し、すぐれた表面粗度でかつ無孔・無歪のガラスコーティング膜を設けることによって、前述した磁気ディスク用基板として要求される条件を満足したガラスセラミックス系磁気ディスク基板が得られることを知見したものである。

すなわち、この発明は、

5 μ m以下の微細孔を有し、相対理論密度が94%以上で、B₂O₃ 3wt%～15wt%を含有するガラスセラミック材料からなる基板表面に、

該基板との熱膨張係数差が 1×10^{-6} /deg 以下で、表面粗度が80Å以下でかつ無孔無歪表面を有する 0.3 μ m～200 μ m膜厚みのガラスコーティング膜を設けたことを特徴とする磁気ディスク用基板であり、

また、

5 μ m以下の微細孔を有し、相対理論密度が94%以上で、B₂O₃ 3wt%～15wt%を含有するガラスセラミック材料からなる基板表面に、

- 7 -

該基板との熱膨張係数差が 1×10^{-6} /deg 以下の 0.5 μ m～220 μ m膜厚みのガラスコーティング膜を形成した後、

該コーティング膜を、粒径 0.1 μ m以下のSiO₂、H₂O、CaO₂またはAl₂O₃ 微粉のうち少なくとも1種を、0.1wt%～20wt%純水中に懸濁した懸濁液で、0.05 kg/cm²～2kg/cm²の相対的ラップ荷重で研磨加工し、

表面粗度が80Å以下でかつ無孔無歪表面を有する 0.3 μ m～200 μ m膜厚みのガラスコーティング膜を設けたことを特徴とする磁気ディスク用基板の製造方法である。

この発明による磁気ディスク用基板は、研磨後の基板表面粗度がすぐれているため、0.3 μ m以下の浮上高さにおける磁気ヘッドの安定な浮上と記録特性の安定性が得られ、また、基板表面に形成される磁性薄膜の欠陥の要因となる突起や孔状の凹みがなく、さらに、機械加工、研磨あるいは使用時の高速・回転に十分耐える機械的強度を有し、耐食性、耐候性、及び耐熱性にすぐれており、該

基板に要求される条件をすべて満足する。

発明の限定条件

この発明において、ガラスセラミック材としては、Al₂O₃、SiO₂、Na₂O・K₂O 及び結合材としてのB₂O₃を主成分とするガラスセラミック材が適しており、必要に応じて、顔料及びV族元素酸化物、あるいは補強用の各種繊維を含有し、金型成形、押出成形、射出成形、シート成形等により成型され、1000℃以下の低温焼成処理されて得られるものである。

ガラスセラミック材料組成中のB₂O₃を3wt%～15wt%に限定したのは、B₂O₃が3wt%未満であると、1000℃以下の低温で焼成することが困難となり、また、15wt%を越えると、焼結時の熱膨張係数が大きくなり好ましくないためである。

このガラスセラミック材料の微細孔大きさが5 μ mを超えると、材料表面にガラスコーティングした際に、微細孔部に気泡が発生して膜精度が劣化するため、微細孔は5 μ m以下が望ましく、好ましくは3 μ m以下にする必要がある。

- 9 -

- 147 -

- 10 -

また、ガラスセラミック材料の相対理論密度を94%以上としたのは、上記した微細孔の大きさが $5\mu\text{m}$ 以上となりやすいためである。

ガラスコーティング膜に用いるガラスには、ソーダ石灰ガラス($\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{SiO}_2$ 系)、鉛ガラス($\text{PbO}-\text{SiO}_2$ 系)、バリウムガラス($\text{BaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系)、ホウケイ酸ガラス($\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系)、アルミナケイ酸ガラス($\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系)、リチヤアルミナケイ酸ガラス($\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系)のケイ酸塩ガラス、鉛ホウ酸ガラス($\text{PbO}-\text{B}_2\text{O}_3$)、アルミナホウ酸ガラス($\text{Al}_2\text{O}_3-\text{B}_2\text{O}_3$)のホウ酸塩ガラス、アルミナリン酸ガラス($\text{Al}_2\text{O}_3-\text{P}_2\text{O}_5$)などをを用いることができる。

このガラスコーティング膜と前記基板との熱膨張係数(20℃～歪点)の差は、差が大きくなると相互応力が増し、そりや破壊等の問題が生じるため、両者の熱膨張係数の相対差が

- 1 1 -

1%以下であることが必要であり、また、ガラスコーティング膜表面に圧縮応力が掛る方が好ましいため、コーティング膜材料の熱膨張係数が、該基板材料の熱膨張係数より小さいほうが望ましい。

ガラスコーティング膜の厚みは、基板と表面に設ける磁性薄膜との絶縁性を確保するのに必要でかつ研磨精度を考慮すると $0.3\mu\text{m}$ 以上の膜厚みが必要であるが、 $200\mu\text{m}$ を越えると、基板との熱膨張係数の差によって生じる応力が、基板内に大きな歪みをもたらす恐れがあるため、 $0.3\mu\text{m} \sim 200\mu\text{m}$ とする。

また、ガラスコーティング膜表面粗度を80Å以下としたのは、ガラスコーティング膜の上に被着する磁性薄膜に欠陥が発生するのを防ぐのに必要な表面粗度であり、望ましくは50Å以下、もっとも好ましいのは20Å以下である。

また、ガラスコーティング膜の研磨加工前の被着膜厚みを、 $0.5\mu\text{m} \sim 220\mu\text{m}$ としたのは、グレーシング法、スパッタ法、蒸着法、イオンプレーテ

- 1 2 -

ング法、金属のアルコキシド溶液等による化学合成法等の被着方法で、均一な膜厚みを得て表面の研磨加工を可能ならしめるのに必要な膜厚みであり、さらに熱膨張係数差に起因して基板内に歪が発生するのを防止するためである。

ガラスコーティング膜の研磨加工方法の条件は、粒径 $0.1\mu\text{m}$ 以下の SiO_2 、 HfO_2 、 CeO_2 または Al_2O_3 微粉のうち少なくとも1種を、0.1wt%～20wt%純水中に懸濁した懸濁液で、0.05 kg/cm²～2 kg/cm²の相対的ラップ荷重で研磨加工するが、粒径が $0.1\mu\text{m}$ を越えるとコーティング膜表面に疵が発生し、表面粗度が劣化するため好ましくなく、また、懸濁液の該微粉末含有量が0.1wt%未満であると研磨効果が少なく、20wt%を越えると微粉末による水和熱が発生しやすく、あるいはゲル化しやすくなり、かつ活性が大になり、研磨表面状態が劣化するため、上記限定範囲とする。

また、純水には、有機汚濁物や浮遊物を含まない水で、イオン交換水や蒸留水がよく、ラップ盤には、Sn、はんだ合金、Pb等の軟質金属あるいは

好ましい実施態様

この発明におけるガラスセラミック材料の組成は、好ましくは、 Al_2O_3 20wt%～60wt%、 SiO_2 20wt%～70wt%、 $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{K}_2\text{O}$ 1wt%～5wt%、結合材として B_2O_3 3wt%～15wt%を含有したもので、さらに必要により、着色剤として、Fe、Cr、Al、Co等の酸化物を1wt%～4wt%含有させることができ、Ⅶ族元素の酸化物として、 Fe_2O_3 、 NiO 、 RuO_2 、 Rh_2O_3 を0.01 wt%～0.5wt%含有し、また、耐水性の改善のために、少量の Hf 、 Ce 、 Pb 等の酸化物を含有してもよい。

上記組成において、 Al_2O_3 が20wt%未満では、抗折強度が低下して電気的特性が劣化し、また、60wt%を越えると1000℃以下での焼結が困難とな

るため、 Al_2O_3 は20wt%～60wt%とする。

SiO_2 が20wt%未満では、1000℃以下での焼結が困難となり、また、70wt%を越えると抗折強度が低下するため、 SiO_2 は20wt%～70wt%とする。

B_2O_3 が3wt%未満であると、1000℃以下の低温で焼成することが困難となり、また、15wt%を越えると、焼結時の熱膨張係数が大きくなり好ましくないため、 B_2O_3 は3wt%～15wt%とする。

アルカリ金属及びアルカリ土類金属酸化物が1wt%未満であると1000℃以下での焼結が困難となり、また、5wt%を越えると絶縁抵抗、誘電正接等の電気的特性が劣化するため、1wt%～5wt%とする。

また、Ⅷ族元素の酸化物である Fe_2O_3 、 NiO 、 RuO_2 、 Rh_2O_3 が0.01wt%未満であると、抗折力等の物理特性が低下し、0.5wt%を越えると絶縁抵抗などの電気的特性が劣化するため、0.01wt%～0.5wt%とする。

また、着色剤としては、赤褐色は Fe_2O_3 、青色は CoO 、緑色は Cr_2O_3 を使用する。

- 15 -

ィングを行なうと、基板とコーティングガラスとの接着密度及び濡れ性を改善することができる。

また、スパッタ用ガラスとしては、前述した種々のガラスのうち軟化点が600℃以上の高融点ガラスが、ターゲット用としてスパッタ時の温度上昇及び強度の点で好ましく、グレージング用ガラスとしては、軟化点が600℃以下の低融点ガラスが、処理温度を低くできることより、適している。

また、この発明によるガラスコーティング膜の厚みは、用途や使用する材質等に応じて種々選定されるが、基板への被着方法としてグレージング法を用いた場合は、膜厚みが10 μm 未満では、均一なコーティング膜とすることが困難であり、前述した条件のメカノケミカル研磨によって所要の表面粗度及び無孔化無歪化が得られず、また、220 μm を越えると、基板との熱膨張係数差により生じる応力によって基板内に大きな歪を発生させる恐れがあるため、膜厚みは10 μm ～220 μm とする必要がある。

スパッタ法の場合は、膜厚みが5 μm 未満では、

基板の補強材としては、1 μm ～200 μm のホウケイ酸ガラス、熔融ケイ酸アルミナ、ジルコニア、窒化硼素、窒化珪素、熔融石英等の無機質繊維や、0.02 μm ～0.1 μm の asbestos 等の天然無機質繊維、5 μm ～150 μm のステンレス、タングステン、モリブデン、ベリリウム、チタン等の金属繊維、0.2 μm ～0.3 μm のチタン酸カリウム繊維を使用することができ、上記繊維長さは1 μm ～5 μm の短繊維から30 μm の長繊維を、5wt%～30wt%含有させることができる。

この発明のガラスセラミック基板材の平均結晶粒径は、5 μm 以下が好ましく、理論密度94%以上の一般市販規格品を用いることができる。

この発明において、ガラスセラミック基板へのガラスコーティング膜は、グレージング法、スパッタ法、蒸着法、イオンプレーティング法、金属のアルコキシド溶液等による化学合成法等の被着方法で、均一な膜厚みを得て表面の研磨加工を可能ならしめるが、コーティング膜の形成に際し、 SiO_2 膜を先に形成したのち、所要のガラスコーテ

- 16 -

均一なコーティング膜とすることが困難であり、前述した条件のメカノケミカル研磨によって所要の表面粗度及び無孔化無歪化が得られず、また、220 μm を越えると、基板との熱膨張係数差により生じる応力によって基板内に大きな歪を発生させる恐れがあるため、膜厚みは5 μm ～220 μm とする必要があり、さらに、膜形成速度の点から、好ましくは15 μm ～25 μm 厚みである。

また、コーティング膜のメカノケミカル研磨後の厚みは、研磨精度を考慮して、被着方法がグレージング法の場合は、3 μm ～200 μm であり、スパッタ法の場合は、0.3 μm ～200 μm であり、さらに好ましくは10 μm ～20 μm である。

発明の効果

この発明による磁気ディスク用基板は、研磨後の基板表面粗度がすぐれているため、0.3 μm 以下の浮上高さにおける磁気ヘッドの安定な浮上と記録特性の安定性が得られ、また、基板表面に形成される磁性薄膜の欠陥の要因となる突起や孔状の凹みがなく、さらに、機械加工、研磨あるいは使

- 17 -

- 149 -

- 18 -

用時の高速・回転に十分耐える機械的強度を有し、耐食性、耐候性、及び耐熱性にすぐれており、該基板に要求される条件のすべてを満足する。

また、この発明によるガラスセラミック基板を、両面記録用磁気ディスクに用いる場合は、該基板両面にガラスコーティング膜を形成し、両面を同時にメカノケミカル研磨加工することにより、両面の薄膜中の内部応力は相殺され、平坦度がすぐれ、かつ表面粗度並びに無孔化無歪化のすぐれた基板が得られる。

所定のガラスコーティング膜を被着したガラスセラミックからなるこの発明による磁気ディスク用基板は、研磨加工での形状精度の管理が従来と比較して容易であり、さらに、基板自体の耐食性、耐候性に特別配慮する必要がなく、表面の汚染も、ガラスコーティングをスパッタで行なう際に、スパッタクリーニングによって清浄化することができる利点がある。

また、従来のアルミニウム合金のものは、合金の旋削加工した際に、表面に加工変質層が残存す

るのに対して、この発明によるガラスセラミック基板は、メカノケミカル研磨仕上げによって、表面にはバルクでの応力歪の差異が生じることがなく、基板に被着される磁性薄膜への歪みの転写が生じない利点がある。

すなわち、基板表面にガラスコーティング膜を設けるため、ガラス膜結晶がアモルファスの均一構造となっており、この発明によるメカノケミカル研磨によって加工歪も発生させないことが可能となった。

上述したように、この発明の磁気ディスク用基板を用いることにより、信頼性が著しく向上した高密度磁気ディスク記録媒体を製作することができ、また、出発ガラスセラミック材料に理論密度94%以上の規格品が使用でき、量産性にすぐれている。

実施例

実施例1

基板には、組成が Al_2O_3 : 41.0wt%、 SiO_2 : 48.0wt%、 $Na_2O \cdot K_2O$: 2.97 wt%、 B_2O_3 : 8.0wt%か

- 19 -

らなり、圧縮成形後、900℃で焼成し、 $5\mu m$ 以下の微細孔を有し、平均結晶粒径が $4.0\mu m$ を有し、相対理論密度が96%で、熱膨張係数が $53.5 \times 10^{-7} / ^\circ C$ 、寸法 $145.0mm R \times 2.7mm$ 厚みのガラスセラミック基板を用いた。

つぎに、ガラスセラミック基板の表面を精密ラップ法により表面粗度200Å以下に精密研磨した。

熱膨張係数が $60 \times 10^{-7} / ^\circ C$ 、軟化点595℃、平均粉末粒径が325メッシュの鉛系ガラスをペースト状にし、これを上記基板の研磨表面に、 $30\mu m$ 厚みで塗布し、空气中、800℃、5分間保持する条件でガラスコーティングした。

コーティング時の昇温速度は、 $1000^\circ C/hr$ 、冷却速度は至点までは $1000^\circ C/hr$ であり、至点にて1時間保持し歪取りを行なってから徐冷した。

ガラスコーティング膜の膜厚み精度は $5\mu m$ で気泡は見られなかった。

次に、該コーティング膜を、粒径 $0.01\mu m$ の SiO_2 微粉末を、純水中に5wt%懸濁した懸濁液で、ラップ盤にSn盤を用い、 $0.5kg$ の相対的ラップ

- 20 -

荷重で研磨加工し、表面粗度を40Å以下に仕上げた。この際の研磨代は $3\mu m$ で平坦度は $1\mu m$ であった。

接触針径 $0.1\mu m R$ の薄膜段差測定器(Talstep)により、上記の研磨後のコーティング膜の表面状況を測定し、その結果を第1表に示す。また、同様に、コーティング前の基板の表面状況を測定し、その結果を第2図に示す。

第1図より、ガラスセラミック基板表面の微細孔は、コーティング膜の研磨により表面の無孔化が得られており、表面粗度40Åに仕上げられたことが明らかである。

また、ガラスコーティング膜と基板との付着力を判定する方法として、硬度計を用い、打重を50gから1000gまで順次増大させて、コーティング膜の剥離の有無を判定基準として測定したところ、1000gまで剥離はなく、強固な付着力を示した。

実施例2

基板には、組成が Al_2O_3 : 41.0wt%、 SiO_2 : 48.0wt%、 $Na_2O \cdot K_2O$: 2.97 wt%、 B_2O_3 : 8.0wt%、

- 21 -

- 22 -

Rh_2O_3 : 0.03 wt% からなり、射出成形後、900℃で焼成し、5 μ m以下の微細孔を有し、平均結晶粒径が4.0 μ m有し、相対理論密度が97%で、熱膨張係数が 53.5×10^{-7} /deg、寸法 145.0mm R \times 2.7mm厚みのガラスセラミック基板を用いた。

つぎに、ガラスセラミック基板の表面を精密ラップ法により表面粗度 200Å以下に精密研摩した。

熱膨張係数が 60×10^{-7} /deg、軟化点 595℃、平均粉末粒径が 200メッシュの鉛系ガラスをペースト状にし、これを上記基板の研摩表面に、スクリーン印刷により30 μ m厚みで塗布し、真空雰囲気、800℃、10分間保持し、その後同温度で常圧にまで戻す条件でガラスコーティングした。

コーティング時の昇温速度は、500℃/hrで、400℃で1時間保持後、同速度で700℃まで昇温し、 10^{-1} mbarまで真空引きし、10分間保持し、その後空気を常圧まで入れたのち、冷却した。冷却速度は垂点の380℃までは500℃/hrであり、垂点にて1時間保持し垂取りを行ってから徐冷した。

- 23 -

つぎに、ガラスセラミック基板の表面を精密ラップ法により表面粗度 200Å以下に精密研摩した。

高周波スパッタ装置を用い、ターゲット板として、寸法直径 350mm \times 厚み 6mmの $Na_2O-B_2O_3-SiO_2$ 系で、軟化点 765℃、熱膨張係数 47×10^{-7} /degを有するガラスを使用し、スパッタアルゴン圧 1×10^{-5} mbarに到達排気後、スパッタリングを行ない、前記基板にガラスコーティングを施した。なお、コーティング膜の熱膨張係数は、 52×10^{-7} /degである。

正スパッタの投入パワーは 3. kWであり、基板側に負のバイアス (-100V) を印加した。バイアス効果により、セラミックボア部のステップカバレージが図られ、ボア部にもガラスが付着した。また、スパッタ膜面の表面粗度は 500Åであった。

なお、従来の酸化物のスパッタ法では、スパッタ速度が遅く、被着に時間を要したが、電極間距離を40mmとして投入パワーを大きくしたことにより、スパッタレートは 500Å/minで、20 μ m厚み形成するのに400分を要した。

ガラスコーティング膜の膜厚み精度は 5 μ mで気泡は見られなかった。

次に、該コーティング膜を、粒径 0.05 μ mの CaO_2 微粉末を、純水中に 2wt%懸濁した懸濁液で、ラップ盤に硬質クロスを用い、1kgの相対的ラップ荷重で研摩加工し、表面粗度を40Å以下に仕上げた。この際の研摩代は20 μ mで平坦度は 1 μ mであった。

接触針径 0.1 μ m Rの薄膜段差測定器 (Talstep) により、上記の研摩後のコーティング膜の表面状況及びコーティング前の基板の表面状況を測定したところ、第1図及び第2図と同様の結果を得た。

実施例3

基板には、組成が Al_2O_3 : 41.0wt%、 SiO_2 : 48.0 wt%、 Na_2O-K_2O : 2.97 wt%、 B_2O_3 : 8.0wt%、 Rh_2O_3 : 0.03 wt% からなり、射出成形後、900℃で焼成し、5 μ m以下の微細孔を有し、平均結晶粒径が4.0 μ m有し、相対理論密度が97%で、熱膨張係数が 53.5×10^{-7} /deg、寸法 145.0mm R \times 2.7mm厚みのガラスセラミック基板を用いた。

- 24 -

次に、該コーティング膜を、粒径 0.01 μ mの SiO_2 微粉末を、純水中に 5wt%懸濁した懸濁液で、ラップ盤に Sn 盤を用い、0.5kgの相対的ラップ荷重で研摩加工し、表面粗度を40Å以下に仕上げた。この際の研摩代は 3 μ mで平坦度は 1 μ mであった。

接触針径 0.1 μ m Rの薄膜段差測定器 (Talstep) により、上記の研摩後のコーティング膜の表面状況及びコーティング前の基板の表面状況を測定したところ、第1図及び第2図と同様の結果を得た。

4. 図面の簡単な説明

第1図と第2図は、実施例において、薄膜段差測定器 (Talstep) により、基板表面に被着して研摩後のコーティング膜の表面状況と、コーティング前の基板の表面状況を示すグラフである。

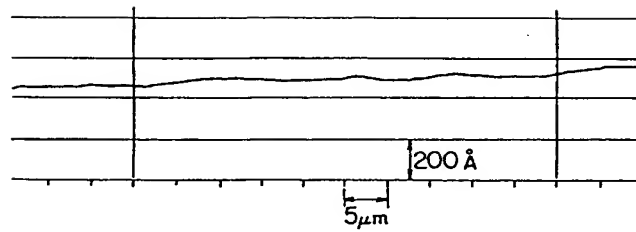
出願人 住友特殊金属株式会社

出願人 日本高圧電気株式会社

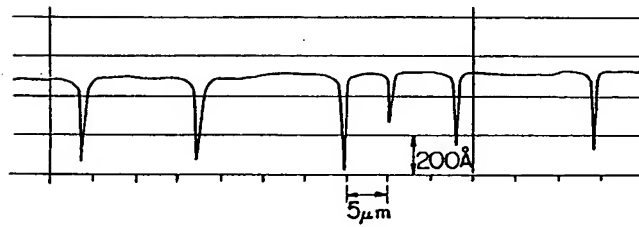
代理人 押 田 良 久



第1図



第2図



第1頁の続き

⑤ Int. Cl. 4	識別記号	庁内整理番号
G 11 B	5/84	7314-5D
// C 03 C	3/064	6674-4G
	3/091	6674-4G
	10/04	6674-4G
	11/00	6674-4G
	14/00	6674-4G

②発 明 者 山 口 照 光 大府市長草町深廻間35 日本高圧電気株式会社技術研究所
内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

This Page Blank (uspto)